Sorgente di ionizzazione DuoSpray™

per sistema TripleTOF®

Guida per l'Operatore

RUO-IDV-05-0783-IT-A

Giugno 2014

Solo per scopi di ricerca. Non usare nelle procedure diagnostiche.

AB Sciex Pte. Ltd.
Blk 33, #04-06
Marsiling Ind Estate Road 3
Woodlands Central Indus. Estate.
SINGAPORE 739256

Contenuto

Panoramica della sorgente di ionizzazione 1

Il sorgente di ionizzazione di Turbo V™ DuoSpray™ consente l'utilizzo del TurboIonSpray® o della sonda APCI nello stesso corpo della sorgente di ionizzazione.

È possibile utilizzare la sorgente di ionizzazione sia per la ionizzazione elettrospray (ESI), con la sonda TurboIonSpray, sia per la ionizzazione chimica a pressione atmosferica, con la sonda APCI. Le applicazioni della sorgente di ionizzazione comprendono lo sviluppo di metodi qualitativi e l'analisi qualitativa e quantitativa.

La sorgente di ionizzazione DuoSpray con il sistema di erogazione del calibrante opzionale (CDS) può essere utilizzata per introdurre una soluzione di calibrazione per la calibrazione di massa automatica dello spettrometro di massa. Il CDS assicura il mantenimento della precisione della massa del sistema durante tutta l'acquisizione dei batch. Per ulteriori informazioni, fare riferimento alla *Guida per l'Operatore del sistema di erogazione del calibrante*.

AVVERTENZA! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra risulta crepata o danneggiata e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica AB SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campionatore o altre attrezzature vicino alla sorgente di ionizzazione.

Nota: Per informazioni su normative e sicurezza relative allo spettrometro di massa, fare riferimento alla *Guida per l'utente*.

Documentazione correlata

Le guide e le esercitazioni per lo spettrometro di massa e il software Analyst® TF sono installate automaticamente con il software e sono disponibili dal menu Start: **Tutti i programmi > AB SCIEX > Analyst TF.** Un elenco completo della documentazione disponibile è riportato nel menu Help. Per visualizzare il menu Help del software, premere **F1**.

Assistenza Tecnica

AB SCIEX e i suoi rappresentanti si affidano a uno staff di tecnici di manutenzione e assistenza formati e qualificati, presenti in tutto il mondo. Saranno felici di rispondere a domande sul sistema o su eventuali problemi tecnici che potrebbero sorgere. Per ulteriori informazioni visitare il sito Web all'indirizzo www.absciex.com.

Componenti della sorgente ionica

Figura 1-1 mostra le parti della sorgente di ionizzazione.

Figura 1-1 Componenti della sorgente ionica

Elemento	Descrizione
1	Dado regolazione elettrodo
2	Manopolina di regolazione ago di scarica a corona
3	sonda APCI
4	Micrometro per la sonda APCI usato per posizionare la sonda sull'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
5	Ago di scarica a corona, che ionizza le specie di tracciato o il gas campione. Gli ioni primari, formatisi conseguentemente alla scarica, vengono convertiti tramite i processi di collisione nei prodotti finali di reazione ione-molecola.
6	Riscaldatore turbo
7	Micrometro per la sonda TurboIonSpray® usato per posizionare l'asse orizzontale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
8	Micrometro per la sonda TurboIonSpray usato per posizionare l'asse verticale per la regolazione della sensibilità della sorgente di ionizzazione
9	TurboIonSpray sonda

Sonde

La sonda TurboIonSpray® e la sonda APCI garantiscono una vasta gamma di capacità per il test dei campioni. Scegliere la sonda e il metodo più adatto al composto che verrà introdotto nel flusso di campione.

La sonda ionica DuoSpray™ è progettata in modo che le sonde non possano essere installate in modo intercambiabile.

Tabella 1-1 Specifiche della sorgente di ionizzazione

Specifica	Sonda TurboIonSpray®	Sonda APCI
Temperature (Temperature)	Temperatura della sonda da da 0 °C a 750 °C	Temperatura della sonda da da 50 °C a 750 °C
Cromatografia liquida (LC)	Interfaccia con qualsiasi sistema LC	
Gas 1	Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o generatore di gas raccomandato da AB SCIEX	N/A
Gas 2	Gas ausiliario. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o generatore di gas raccomandato da AB SCIEX	Gas di nebulizzazione. Azoto ultra puro UHP (99,999%) o generatore di gas raccomandato da AB SCIEX
Bath gas	Azoto ultra puro UHP (99,999%) o generatore di gas raccomandato da AB SCIEX	

Se si utilizza il CDS opzionale, l'utente può passare da una modalità di ionizzazione all'altra ricollegando le linee del campione e del calibrante.

Sonda TurboIonSpray®

La sonda TurboIonSpray è ideale per l'analisi LC/MS/MS. Produce ioni attraverso i processi di evaporazione ionica. La sensibilità che si ottiene con questa tecnica dipende sia dalla velocità di flusso, sia dall'analita. Grazie ad una migliore desolvatazione alle velocità di flusso più elevate, l'efficienza della ionizzazione aumenta di pari passo con l'aumento della temperatura della sorgente di ionizzazione, con conseguente miglioramento della sensibilità. I composti con una polarità estremamente alta e una bassa attività superficiale di norma mostrano i maggiori aumenti di sensibilità con un aumento della temperatura della sorgente. Il tecnica della sonda TurboIonSpray® è abbastanza delicata da poter essere utilizzata con composti labili come peptidi, proteine e farmaci termolabili.

Quando il riscaldatore non è attivo, la sonda TurboIonSpray funziona come una sorgente di ionizzazione IonSpray™ convenzionale. Funziona anche con velocità di flusso da 5 µL/min a 3000 µL/min e vaporizza solventi in una gamma che va dal 100% acquoso fino al 100% organico.

Il sonda TurboIonSpray è composta da un tubo in acciaio inossidabile di diametro esterno 0,3 mm (0,012") ed è in posizione centrale, un riscaldatore turbo disposto a un'angolazione di 45 gradi sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. I campioni introdotti attraverso la sonda TurboIonSpray sono ionizzati all'interno del tubo mediante l'applicazione dell'alta tensione (voltaggio IonSpray). Quindi sono nebulizzati da un getto di azoto ultra puro (UHP) caldo e secco dai riscaldatori Turbo, creando una nebbia di piccole goccioline altamente cariche. La combinazione tra l'effluente della IonSpray e il gas secco, portato a temperatura dai riscaldatori Turbo, è proiettata ad un'angolazione di 90 gradi verso il percorso degli ioni. Fare riferimento a *Principi di funzionamento-Sorgente di ionizzazione a pagina 41*.

Figura 1-2 Componenti della sonda TurboIonSpray

Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo in bronzo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione
3	Punta dell'elettrodo attraverso il quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

Sonda APCI

La sonda APCI è adatta per:

- Ionizzazione di composti che non formano facilmente ioni in soluzione. Di solito si tratta di composti non polari.
- Creazione di spettri APCI semplici da esperimenti LC/MS/MS.
- Analisi ad alto rendimento di campioni complessi e sporchi. È meno sensibile agli effetti di soppressione ionica.
- Introduzione rapida del campione attraverso iniezione del flusso con o senza colonna LC.

La sonda APCI può accettare l'intero effluente, senza dividerlo, a velocità di flusso che vanno da 50 µl/min a 3000 µl/min (attraverso una colonna ad ampio diametro). Può vaporizzare composti labili e volatili con una decomposizione termica ridotta al minimo. La desolvatazione e la vaporizzazione rapida delle goccioline e dell'analita inglobato minimizzano la decomposizione termica e preservano l'identità molecolare per la ionizzazione, che sarà compiuta dall'ago di scarica a corona. I tamponi sono tollerati senza difficoltà dalla sorgente di ionizzazione, senza che abbia luogo una contaminazione rilevante, e la vaporizzazione tempestiva degli effluenti nebulizzati permette l'uso di acqua fino al 100% senza difficoltà.

La sonda APCI è composta da un tubo di acciaio inossidabile, dal diametro interno di 100 µm (0,004"), circondato da un flusso di gas nebulizzatore. (Gas 2). Il flusso del campione liquido viene pompato nel nebulizzatore, dove viene nebulizzato in un tubo di ceramica che contiene un riscaldatore. La parete interna del tubo in ceramica può essere mantenuta ad una temperatura tra 100 °C e 750 °C e viene monitorata dal sensore incorporato nel riscaldatore.

Un getto ad alta velocità di gas di nebulizzazione scorre intorno alla punta dell'elettrodo per disperdere il campione in un aerosol di particelle fini. Si sposta attraverso il riscaldatore di vaporizzazione in ceramica nella zona di reazione della sorgente di ionizzazione e dopo l'ago di scarica a corona dove le molecole del campione vengono ionizzate al passaggio attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento a *Principi di funzionamento-Sorgente di ionizzazione a pagina 41*.

Figura 1-3 Componenti della sonda APCI

Elemento	Descrizione
1	Dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) che regola l'estensione della punta dell'elettrodo
2	Ghiera di fermo in bronzo che fissa la sonda alla torretta sul corpo della sorgente di ionizzazione
3	Punta dell'elettrodo attraverso il quale i campioni sono nebulizzati nella zona di introduzione del campione della sorgente di ionizzazione

Collegamenti Elettricità e Gas

I collegamenti del gas e dell'alta tensione sono forniti attraverso la piastra frontale dell'interfaccia e si connettono internamente attraverso il corpo della sorgente di ionizzazione. Quando la sorgente di ionizzazione è installata sullo spettrometro di massa, tutti i collegamenti elettrici e del gas sono completati.

Per ulteriori informazioni sulla funzione di Gas 1 e Gas 2 nella sorgente di ionizzazione, fare riferimento a *Parametri e Voltaggi della Sorgente a pagina 47*. Il "bath gas" effettua le seguenti funzioni:

- Impedisce il flusso di ritorno nella parte della torretta della sorgente, evitando in tal modo l'accumulo di sostanze contaminanti.
- Fornisce il gas ausiliario, garantendo un flusso di gas alla zona di intrattenimento per l'espansione del gas di nebulizzazione, riducendo il tal modo la circolazione e migliorando la nebulizzazione.
- Contribuisce a raffreddare l'area della torretta durante il funzionamento a calore elevato (come ad esempio in modalità APCI).

Circuito di sensing della sorgente di ionizzazione

Un circuito con un sensore della sorgente di ionizzazione disabilita l'alimentazione ad alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente se:

- Il corpo della sorgente di ionizzazione non è installato o non è installato correttamente.
- Non è presente alcuna sonda.
- Lo spettrometro di massa rileva un guasto al sistema del gas.

Sistema di Scarico della Sorgente

AVVERTENZA! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra risulta crepata o danneggiata e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica AB SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

AVVERTENZA! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Assicurarsi di usare il sistema di scarico della sorgente per rimuovere in tutta sicurezza i vapori di scarico del campione dall'ambiente di laboratorio. Per i requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla Pianificazione del Sito*.

AVVERTENZA! Pericolo di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Collegare il sistema di scarico della sorgente a una cappa aspirante o un impianto di ventilazione che scaricano verso l'esterno, per impedire la diffusione di vapori pericolosi nell'ambiente del laboratorio.

AVVERTENZA! Pericolo di Incendio: non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Superare la velocità di flusso massima può causare l'accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.

Tutte le sorgenti ioniche producono vapori di solvente e di campione. Questi vapori comportano dei rischi per l'ambiente di laboratorio. Il sistema di scarico della sorgente è progettato per rimuovere in tutta sicurezza e consentire un trattamento adeguato dei vapori del campione e del solvente. Quando la sorgente di ionizzazione è installata, lo spettrometro di massa non entrerà in funzione finché il sistema di scarico della sorgente non sarà operativo.

Un vacuostato montato nel circuito di scarico della sorgente misura il vuoto nella sorgente. Se il vuoto nella sorgente aumenta oltre il valore prefissato , il sistema entra in modalità “Not Ready”, indicando un guasto allo scarico.

Un sistema di scarico attivo rimuove gli scarichi dalla sorgente di ionizzazione (vapori di solventi, gas campioni) attraverso un raccordo di scarico, senza introdurre rumore chimico. Il raccordo di scarico si collega attraverso una camera di scarico e una pompa di scarico della sorgente a un contenitore per raccolta residui, e da qui a un sistema di ventilazione di scarico fornito dal cliente. Per ulteriori informazioni sui requisiti del sistema di scarico della sorgente, fare riferimento alla *Guida alla Pianificazione del Sito*.

Installazione della Sorgente di ionizzazione 2

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: l'installazione della sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa deve essere l'ultimo passo di questa procedura. L'alta tensione è presente quando la sorgente di ionizzazione è installata nell'apparecchiatura.

La sorgente di ionizzazione è collegata al corpo dell'interfaccia di vuoto ed è mantenuta in posizione da due fermi. L'interno della sorgente di ionizzazione è visibile attraverso le finestre di vetro temperato sul lato e sulla parte finale della sorgente di ionizzazione.

Quando la sorgente di ionizzazione è installata, il software riconosce la sorgente di ionizzazione e ne visualizza l'identificazione.

Materiali richiesti
• Gruppo sorgente di ionizzazione (corpo) • Sonda TurboIonSpray® • sonda APCI (facoltativa) • Kit dei materiali di consumo della sorgente di ionizzazione

Preparazione per l'Installazione

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: fare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo tubolare è estremamente acuminata.

Suggerimento! Non gettare via gli imballaggi. Usarli per conservare la sorgente di ionizzazione quando non usata.

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) sulla sonda per spostare la punta dell'elettrodo all'interno del tubo.

Installare le Sonde

La sorgente di ionizzazione non viene fornita con le sonde già preinstallate. Installare le sonde nel corpo della sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione. Accertarsi di inserire ciascuna sonda nella torretta corretta. Le sonde non possono essere intercambiabili.

Le sonde possono essere inserite e rimosse separatamente secondo necessità. Fare riferimento alla *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29*.

Se entrambe le sonde non sono installate correttamente nel corpo della sorgente di ionizzazione, il software Analyst® TF segnala che la sorgente di ionizzazione non è installata. L'alimentazione ad alta tensione per lo spettrometro di massa e il sistema di scarico della sorgente sono entrambi disattivati e la scheda Source/Gas nel software Analyst TF non visualizza la tensione o la temperatura.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.

AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche: installare la sonda nella sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.

Attenzione: Rischio di danni al sistema: non lasciare che la parte sporgente dell'elettrodo o l'ago di scarica a corona tocchi una qualsiasi parte del corpo della sorgente di ionizzazione, onde evitare che la sonda subisca danni.

1. Inserire la sonda APCI nella torretta situata sul lato sinistro della sorgente di ionizzazione quando la finestrella in vetro è rivolta verso l'utilizzatore, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sulla sonda.
2. Spingere delicatamente la sonda verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
3. Ruotare la ghiera di fermo in bronzo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera.
4. Inserire la sonda TurboIonSpray® nella torretta situata sul lato sinistro della sorgente di ionizzazione, inserendo il montante in plastica sollevato nella scanalatura sulla sonda.
5. Spingere delicatamente la sonda verso il basso fino a innestare i contatti con quelli presenti nella torretta.
6. Ruotare la ghiera di fermo in bronzo sulla sonda, spingerla verso il basso, in modo da agganciarne la filettatura con la filettatura nella torretta e infine serrare la ghiera senza forzare eccessivamente

Collegare il tubo della sorgente di ionizzazione.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nell'attacco in cima alla sonda.
3. Stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.

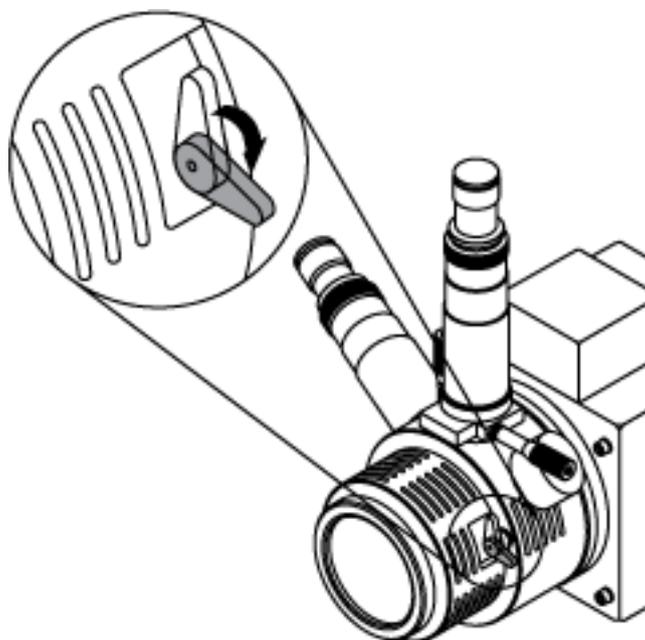
Installare la Sorgente di ionizzazione sullo Spettrometro di Massa

AVVERTENZA! Pericolo di scosse elettriche: installare la sonda nella sorgente di ionizzazione prima di installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa.

Suggerimento! Utilizzare il separatore di vuoto corretto per il sistema per ottenere prestazioni ottimali. Non utilizzare un separatore di vuoto di un altro sistema. Il numero del modello del sistema è inciso nel separatore di vuoto.

Se la sonda della sorgente di ionizzazione non è installata correttamente, l'alimentazione elettrica ad alta tensione non sarà disponibile.

1. Assicurarsi che i fermi posti sui lati della sorgente di ionizzazione siano diretti verso la posizione ore 12. Fare riferimento alla *Componenti della sorgente ionica a pagina 6*.
2. Allineare la sorgente di ionizzazione con l'interfaccia di vuoto, assicurandosi che i fermi sulla sorgente di ionizzazione siano allineati agli attacchi dell'interfaccia di vuoto.
3. Premere delicatamente la sorgente di ionizzazione contro l'interfaccia di vuoto e poi ruotare i fermi della sorgente di ionizzazione verso il basso per bloccare la sorgente di ionizzazione in posizione.

Figura 2-1 Blocco della Sorgente di ionizzazione

Lo spettrometro di massa riconosce la sorgente di ionizzazione e visualizza l'identificazione della sorgente di ionizzazione nel software Analyst® TF.

4. Collegare il tubo dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione .

Collegare la sorgente di ionizzazione per l'introduzione del campione a TurboIonSpray®

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici: assicurarsi che il dado del tubo di campionamento sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura, per evitare perdite.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: Non bypassare la giunzione di messa a terra. La giunzione di messa a terra fornisce una protezione tra lo spettrometro di massa e il sistema di introduzione del campione.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento alla sommità della sonda TurboIonSpray.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nell'attacco in cima alla sonda TurboIonSpray.
3. Stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.

4. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.
5. Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

Collegare la sorgente di ionizzazione per l’introduzione del campione alla sonda APCI

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni o esposizione ad agenti tossici chimici e biologici: assicurarsi che il dado del tubo di campionamento sia stretto correttamente prima di usare questa apparecchiatura, per evitare perdite.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: Non bypassare la giunzione di messa a terra. La giunzione di messa a terra fornisce una protezione tra lo spettrometro di massa e il sistema di introduzione del campione.

1. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento alla sommità della sonda APCI.
2. Montare il dado del tubo di campionamento nell'attacco in cima alla sonda APCI.
3. Stringere il dado del tubo di campionamento senza forzare eccessivamente.
4. Collegare l'altro capo del tubo rosso in PEEK alla giunzione di messa a terra.
5. Collegare il tubo in PEEK rosso dal dispositivo di erogazione del campione fino alla giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione.

Ottimizzazione della Sorgente di ionizzazione 3

AVVERTENZA! Rischio di Contaminazione da Radiazioni o Esposizione ad Agenti Tossici Chimici e Biologici: Utilizzare la sorgente di ionizzazione solo se si hanno la conoscenza e l'esperienza necessarie riguardo l'utilizzo, il contenimento e l'evacuazione dei materiali tossici o nocivi utilizzati con la sorgente di ionizzazione. Interrompere l'uso della sorgente di ionizzazione se la finestra risulta crepata o danneggiata e contattare un responsabile dell'assistenza tecnica AB SCIEX. Qualsiasi materiale tossico o nocivo introdotto nell'apparecchiatura sarà presente nella sorgente di ionizzazione e nel sistema di scarico. Smaltire gli oggetti taglienti seguendo le procedure di sicurezza previste dal laboratorio.

AVVERTENZA! Pericolo di Incendio: non inviare più di 3 mL/min di solvente nella sorgente di ionizzazione. Superare la velocità di flusso massima può causare l'accumulo di solvente nella sorgente di ionizzazione. Assicurarsi che il sistema di scarico della sorgente sia in funzione per evitare che vapori infiammabili si accumulino nella sorgente di ionizzazione.

Ottimizzare la sorgente di ionizzazione ogniqualvolta si modifica l'analita, la velocità di flusso o la composizione della fase mobile.

Diversi parametri possono influenzare le prestazioni della sorgente Ottimizzare le prestazioni mentre si inietta un composto già noto monitorando il segnale dello ione noto. Regolare i parametri del gas, del voltaggio e del micrometro per massimizzare il rapporto segnale/rumore e la stabilità del segnale.

Se si utilizza il CDS opzionale, seguire le istruzioni in *Guida per l'utente CDS* per ottimizzare la sorgente di ionizzazione.

Introduzione del Campione

Metodo

Il flusso di campione liquido viene erogato nella sorgente di ionizzazione tramite una pompa LC o una pompa a siringa. Se erogato da una pompa LC, il campione può essere iniettato direttamente nella fase mobile usando la FIA o mediante infusione con raccordo a T, oppure attraverso una colonna di separazione usando un iniettore con loop o un autocampionatore. Se introdotto tramite una pompa a siringa, il campione è iniettato direttamente nella sorgente di ionizzazione. L'ottimizzazione dell'infusione ha lo scopo di ottimizzare il percorso degli ioni e la selezione dei frammenti MS/MS.

Velocità di Flusso

La velocità di flusso di ogni campione è determinata dal sistema di cromatografia o dal volume del campione disponibile.

Requisiti per il Sistema di Introduzione del Campione

- Usare procedure e pratiche analitiche appropriate per minimizzare i volumi morti esterni. Il sistema di introduzione del campione trasferisce il campione liquido alla sorgente di ionizzazione senza perdite e con un volume morto ridotto al minimo.
- Filtrare preventivamente i campioni in modo che i tubi capillari presenti nel sistema di introduzione del campione non siano bloccati da particelle, campioni precipitati o sali.
- Assicurarsi che tutti i collegamenti siano ermetici e stretti allo scopo di prevenire eventuali perdite. Fare attenzione a non stringere eccessivamente.

TurboIonSpray® Ottimizzazione della sonda

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia fornita una buona ventilazione generale da laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

Attenzione: Rischio di danni al sistema: se il sistema LC collegato allo spettrometro di massa non è controllato dal software Analyst® TF, non lasciare lo spettrometro non presidiato mentre è in funzione. Il sistema LC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Numerosi parametri possono influenzare le prestazioni della sonda TurboIonSpray. Ottimizzare le prestazioni mentre si inietta un composto già noto monitorando il segnale dello ione noto. Regolare i parametri per massimizzare il rapporto segnale/rumore e la stabilità del segnale. Fare riferimento alla*Parametri della sonda TurboIonSpray® a pagina 47*.

Nota: Se la **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** è troppo alta, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda . TurboIonSpray® Una scarica a corona avrà come conseguenza una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

Nota: L'IonSpray Voltage Floating (ISVF) viene sempre applicato sia alla TurboIonSpray® sonda che alla sonda APCI contemporaneamente e la Temperatura (TEM) viene sempre applicata sia al riscaldatore turbo che al riscaldatore APCI contemporaneamente.

Nota: Per mantenere pulito il sistema e alle prestazioni ottimali, regolare la posizione della sonda quando si cambia la velocità di flusso.

Suggerimento! È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.

Velocità di Flusso e Temperatura

La quantità e il tipo di campione influenzano la temperatura ottimale della sonda TurboIonSpray® . La temperatura ottimale aumenta alle velocità di flusso più elevate. La composizione del solvente è un fattore più significativo. Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda dovrebbe diminuire.

Il sonda TurboIonSpray è utilizzata normalmente con velocità di flusso da 40 µl/min a 1.000 µl/min. Il riscaldamento viene utilizzato per aumentare il tasso di evaporazione che migliora l'efficienza della ionizzazione, producendo una maggiore sensibilità. Velocità di flusso estremamente basse di elevate percentali di solventi organici non necessitano di temperature più alte.

Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa HPLC per fornire alla fase mobile la velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a *Parametri e Voltaggi della Sorgente a pagina 47*.
2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurarlo per eseguire multiple iniezioni.

Eseguire il Metodo

1. Avviare il Analyst® TF.
2. Nella Barra di Navigazione, alla voce **Tune and Calibrate** (Sintonizza e calibra), fare doppio clic su **Manual Tuning** (Sintonizzazione manuale).
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
   a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** su **450**.
   b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

   La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
5. Avvio acquisizione.
6. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

Impostare le Condizioni Iniziali

1. Sulla scheda **Source/Gas** nel **Tune Method Editor**, digitare un valore iniziale per **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

   Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 40 e 60 per GS1.
2. Immettere un valore iniziale per **Ion Source Gas 2 (GS2)**.

   Per le pompe LC, immettere un valore compreso tra 30 e 50 per GS2.

   Nota: Il Gas 2 è usato a velocità di flusso più elevate, comuni quando si usa un sistema LC, e a temperature più alte.
3. Digitare **5500** nel campo **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Tensione IonSpray oscillante).
4. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.

Ottimizzazione della posizione della sonda TurboIonSpray®

1. Guardare attraverso la finestrella nel corpo della sorgente di ionizzazione per controllare la posizione della sonda.
2. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri orizzontali e verticali o impostarli con **5** come posizione iniziale di partenza.
3. Usare la FIA o un’infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione ad una velocità di flusso elevata.
4. Monitorare il segnale all'interno del software.
5. Utilizzare il micrometro orizzontale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

   La sonda può essere leggermente ottimizzata su ambo i lati della fenditura.

   Suggerimento! È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.
6. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la posizione della sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

   Nota: La posizione verticale della sonda dipende dalla velocità di flusso. A velocità di flusso più basse, la sonda dovrebbe essere posta più vicina alla fenditura. A velocità di flusso più elevate, la sonda dovrebbe esserne allontanata.

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

7. Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere la punta dell'elettrodo. Solitamente, l'estensione ottimale dell'elettrodo è compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm oltre l'estremità della sonda.

   Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione dopo l'installazione.

Suggerimento! Dirigere la nebulizzazione dei liquidi dalla sonda TurboIonSpray lontano dalla fenditura, in modo da impedire la contaminazione della fenditura, la penetrazione del flusso del Curtain Gas™ , che può generare instabilità nel segnale e il cortocircuito elettrico dovuto alla presenza di liquido.

Ottimizzare la sorgente, i parametri del gas e il voltaggio

Ottimizzare i valori di gas di nebulizzazione (Gas 1) per una miglior stabilità e sensibilità del segnale. Il gas ausiliario (Gas 2) favorisce l'evaporazione del solvente, aumentando così la ionizzazione del campione.

Una temperatura troppo alta può causare una vaporizzazione prematura del solvente alla punta della sonda TurboIonSpray® , specialmente se la sonda è troppo bassa, producendo instabilità del segnale e un elevato rumore chimico di fondo. Allo stesso modo un flusso elevato di gas ausiliario può generare rumore o instabilità del segnale.

Usare la tensione IonSpray™ minore possibile senza che il segnale ne risenta. Concentrarsi sul rapporto segnale-rumore e non solo sul segnale. Se la tensione di IonSpray è troppo elevata, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda TurboIonSpray. Il risultato sarà una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

1. Regolare i valori del **GS1** e **GS2** con incrementi di 5 , fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Nota: Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori minori di 20. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso del Curtain Gas, che può generare rumore, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

2. Aumentare il valore nel campo **CUR**, fino a quando il segnale inizierà a diminuire.
3. Regolare **ISVF** con incrementi di 500 V, per massimizzare il rapporto segnale-rumore.

Nota: Se la **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** è troppo alta, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda . TurboIonSpray® Una scarica a corona avrà come conseguenza una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

Ottimizzazione della Temperatura del Riscaldatore Turbo

La temperatura ottimale del riscaldatore deve essere regolata in funzione del composto, della velocità di flusso e della composizione della fase mobile. Maggiori saranno la velocità di flusso e la composizione acquosa, maggiore sarà la temperatura ottimale.

Quando si ottimizza la temperatura della sorgente, assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia assestata sulla nuova temperatura prima di procedere.

- Regolare il parametro **TEM** in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il miglior rapporto segnale-rumore.

Ottimizzazione della sonda APCI

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia fornita una buona ventilazione generale da laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

Attenzione: Rischio di danni al sistema: se il sistema LC collegato allo spettrometro di massa non è controllato dal software Analyst® TF, non lasciare lo spettrometro non presidiato mentre è in funzione. Il sistema LC può allagare la sorgente di ionizzazione quando lo spettrometro di massa entra in modalità Standby.

Fare riferimento a *Parametri Sonda APCI a pagina 48* .

Attenzione: È più facile ottimizzare il segnale e il rapporto segnale-rumore con analisi mediante iniezioni in flusso o iniezioni in testa alla colonna.

Nota: L'IonSpray Voltage Floating (ISVF) viene sempre applicato sia alla TurboIonSpray® sonda che alla sonda APCI contemporaneamente e la Temperatura (TEM) viene sempre applicata sia al riscaldatore turbo che al riscaldatore APCI contemporaneamente.

Impostazione del Sistema

1. Configurare la pompa HPLC per fornire alla fase mobile la velocità di flusso richiesta. Fare riferimento a *Parametri e Voltaggi della Sorgente a pagina 47*.

2. Collegare la giunzione di messa a terra posta sulla sorgente di ionizzazione a una pompa, attraverso un iniettore dotato di un loop da 5 µL o a un autocampionatore.
3. Se si utilizza un autocampionatore, configurarlo per eseguire multiple iniezioni.

Eseguire il Metodo

1. Avviare il Analyst® TF.
2. Nella Barra di Navigazione, alla voce **Tune and Calibrate** (Sintonizza e calibra), fare doppio clic su **Manual Tuning** (Sintonizzazione manuale).
3. Aprire un metodo ottimizzato in precedenza o creare un metodo basato sui composti.
4. Se la sorgente di ionizzazione ha avuto il tempo necessario per raffreddarsi, procedere come segue.
   a. Impostare il parametro **Temperature (TEM)** su **450**.
   b. Lasciar riscaldare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti.

   La fase di riscaldamento, della durata di 30 minuti, impedisce ai vapori di solvente di condensarsi nella sonda ancora fredda.
5. Avvio acquisizione.
6. Avviare il flusso del campione e l'iniezione del campione.

Impostare le Condizioni Iniziali

Nota: Il valore per il parametro GS1, utilizzato dalla sonda TurboIonSpray® può influenzare le prestazioni della sonda APCI. Regolare il valore del parametro GS1 per ottenere prestazioni ottimali.

Nota: Gas 2 è utilizzato come gas nebulizzatore per la sonda APCI.

1. Digitare **20** nel campo **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
2. Digitare **25** nel campo **Curtain Gas (CUR)**.
3. Digitare **5500** nel campo **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Tensione IonSpray oscillante).

Ottimizzazione di Gas 2 e del flusso di Curtain Gas™

1. Regolare i valori del **GS2** in incrementi da cinque fino a ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

   Nota: Usare il valore maggiore possibile per il CUR in modo da impedire la contaminazione senza compromettere la sensibilità. Non impostare il CUR su valori minori di 20. Ciò contribuisce a evitare la penetrazione del flusso del Curtain Gas, che può generare rumore, a evitare la contaminazione della fenditura e ad aumentare il rapporto segnale-rumore complessivo.

2. Aumentare il **CUR** fino a quando il segnale inizia a diminuire.

Regolare la Posizione dell'Ago di Scarica Corona

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: Seguire questa procedura per evitare il contatto con le alte tensioni presenti sull'ago di scarica a corona, sul separatore di interfaccia e sui riscaldatori.

Quando si usa la sonda APCI , assicurarsi che l'ago di scarica corona punti verso la fenditura.

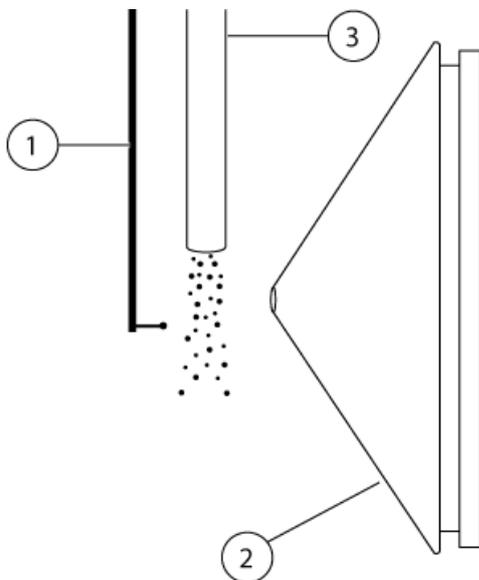
Materiali richiesti
• Cacciavite a taglio isolato

1. Utilizzare un cacciavite a lama piatta isolato per ruotare la vite di regolazione dell’ago di scarica a corona in cima all'ago.
2. Guardare attraverso la finestrella per assicurarsi che la punta dell'ago sia allineata in direzione della fenditura.
3. Salvare il metodo ottimizzato come nuovo metodo.

Ottimizzare la Posizione della Sonda APCI

Assicurarsi che la fenditura della piastra Curtain sia sempre libera da solventi o goccioline di solvente.

La posizione dell'ugello nebulizzatore influenza la sensibilità e la stabilità del segnale. Regolare la sensibilità della sonda esclusivamente con piccoli incrementi. Alle basse velocità di flusso, posizionare la sonda più vicino alla fenditura. Alle velocità di flusso elevate posizionare la sonda lontano della fenditura.

Figura 3-1 Posizione dell'ugello nebulizzatore

Elemento	Descrizione
1	Ago di scarica a corona
2	Piastra Curtain
3	sonda APCI

1. Usare le impostazioni precedenti dei micrometri come posizione iniziale di partenza.

Nota: Per evitare la riduzione delle prestazioni dello spettrometro di massa, non nebulizzare direttamente nella fenditura.

2. Usare la FIA o un’infusione tramite raccordo a T per iniettare il campione ad una velocità di flusso elevata.
3. Monitorare il segnale all'interno del software.
4. Utilizzare il micrometro verticale per regolare la sonda in piccoli incrementi, per ottenere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

   Una volta che la sonda è stata ottimizzata, richiederà solo alcune piccole regolazioni. Se si rimuove la sonda, o se cambiano l'analita, la velocità di flusso o la composizione del solvente, ripetere la procedura di ottimizzazione dopo l'installazione.

Ottimizzare l’oscillazione di tensione di IonSpray™

Nota: Se la **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** è troppo alta, può verificarsi un effetto di scarica a corona. Ciò si manifesta come un bagliore blu all'estremità della sonda . TurboIonSpray® Una scarica a corona avrà come conseguenza una perdita di sensibilità e di stabilità del segnale ionico.

- In modalità positiva, iniziare su un valore pari a 5500, quindi diminuire con incrementi da 100 V a 500 V in modalità negativa, iniziare su un valore pari a -4500, quindi aumentare con incrementi da 100 V a 500 V, continuare con la regolazione per ottenere il miglior segnale o rapporto segnale/rumore.

  Solitamente questo parametro ottimizza attorno a 5500 V in modalità positiva. Se non si osservano cambiamenti nel segnale quando si aumenta ISVF, quindi lasciare l’ ISVF al valore più basso che fornisce il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore.

Ottimizzare la Temperatura della Sonda APCI

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che lo spettrometro di massa sia adeguatamente ventilato e che sia fornita una buona ventilazione generale da laboratorio. Un'adeguata ventilazione del laboratorio è necessaria per controllare le emissioni di solventi e campioni e per un funzionamento sicuro dello spettrometro di massa.

La quantità e il tipo di solvente influenzano la temperatura ottimale della sonda APCI. La temperatura ottimale aumenta alle velocità di flusso più elevate.

- Regolare il parametro del valore **TEM** in incrementi da 50 °C a 100 °C fino a ottenere il segnale o rapporto segnale-rumore migliore.

Manutenzione della Sorgente di ionizzazione 4

Le seguenti avvertenze riguardano tutte le procedure di manutenzione del presente capitolo.

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

AVVERTENZA! Pericolo di incendio e di esposizione ad agenti chimici tossici: tenere i solventi infiammabili lontano da fiamme e scintille e usarli solo sotto una cappa aspirante per fumi chimici o negli armadi di sicurezza.

AVVERTENZA! Pericolo di esposizione ad agenti chimici tossici: indossare i dispositivi di protezione individuale, compreso il camice da laboratorio, guanti e occhiali di sicurezza per evitare l'esposizione degli occhi o della pelle a solventi.

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: in caso di fuoriuscita di prodotti chimici, consultare le istruzioni contenute nelle Schede di Sicurezza dei materiali. Arrestare la fuoriuscita o la perdita solo se ciò può essere fatto in sicurezza. Usare i dispositivi di protezione individuale appropriati e panni assorbenti per contenere la fuoriuscita e smaltirla secondo le normative locali.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campionatore o altre attrezzature vicino alla sorgente di ionizzazione.

Questa sezione descrive le procedure di manutenzione generale della sorgente di ionizzazione. Per determinare la frequenza delle operazioni di pulizia della sorgente di ionizzazione o della manutenzione preventiva, tenere in considerazione quanto segue:

- Composti testati
- Pulizia dei metodi di preparazione
- Periodo di inattività di una sonda contenente un campione
- Tempo di attività generale del sistema

Questi fattori possono causare dei cambiamenti nelle prestazioni della sorgente di ionizzazione, che indicano la necessità di un intervento di manutenzione.

Assicurarsi che la tenuta della sorgente di ionizzazione montata sullo spettrometro di massa sia perfetta, senza alcuna traccia di perdite di gas. Eseguire i controlli di manutenzione generale per essere sicuri del funzionamento sicuro del sistema. Pulire regolarmente i componenti della sorgente di ionizzazione per mantenerla in condizioni ottimali.

Attenzione: Rischio di Danni al Sistema: usare solo il metodo di pulizia raccomandato per evitare di danneggiare l'apparecchiatura.

Materiali richiesti
• Chiave aperta da 1/4" • chiave esagonale da 9/64" (forma a L, in dotazione) • chiave esagonale da 5 mm • chiave esagonale da 2,5 mm • Cacciavite a croce • Cacciavite a taglio • Metanolo per MS • Acqua deionizzata per HPLC • Occhiali di sicurezza • Mascherina e filtro • Guanti senza polvere (consigliati in neoprene) • Camice da laboratorio

Pulire le Sonde

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

La sorgente di ionizzazione va lavata regolarmente, indipendentemente dal tipo di composti campionati. Svolgere questa operazione configurando un metodo nel specifico per eseguire un lavaggio.

1. Passare a una fase mobile composta da acqua/acetonitrile 1:1 o acqua/metanolo 1:1.
2. Regolare la posizione delle sonde in modo che si trovino il più lontano possibile dall'orifizio.
3. Nel software procedere come segue.
    a. Impostare **Temperatura (TEM)** tra **500** e **600**.
    b. Impostare **Ion Source Gas (GS1)** e **Ion Source Gas 2 (GS2) almeno a 40**.

c. Impostare **Curtain Gas (CUR)** al valore massimo possibile senza che perdita di segnale.
d. Attendere fino al raggiungimento del valore impostato per **TEM**.

4. Dirigere il flusso di fase mobile attraverso i tubi e ogni sonda a 1 mL/min per circa 10 o 15 minuti.
5. Assicurarsi che la sonda e il tubo del campione siano adeguatamente spurgati.

Rimuovere la Sorgente di ionizzazione

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell’interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

Nota: Sistemi Altri 5,3 L/min di azoto scorrono quando lo spettrometro di massa è spento o la sorgente di ionizzazione viene rimossa dal sistema. Per ridurre al minimo il consumo di gas azoto e per mantenere pulito lo spettrometro di massa quando non lo si utilizza, lasciare la sorgente di ionizzazione installata sullo spettrometro di massa e lasciare acceso il sistema.

La sorgente di ionizzazione può essere rimossa facilmente e rapidamente, senza l'uso di attrezzi. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di svolgere qualsiasi attività di manutenzione sulla sorgente di ionizzazione o durante lo scambio delle sonde.

1. Arrestare le scansioni in corso.
2. Arrestare il flusso del campione.
3. Type (Tipo) **0** nel campo **Temperature (TEM)**, se i riscaldatori sono in uso.
4. Scollegare il tubo di campionamento dalla giunzione di messa a terra.
5. Sbloccare la sorgente di ionizzazione girando i due fermi di sicurezza verso la posizione ore 12.
6. Staccare delicatamente la sorgente di ionizzazione dall'interfaccia di vuoto.
7. Posizionare la sorgente di ionizzazione su una superficie pulita e stabile.

Rimuovere la Sonda

Procedure preliminari
• *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29*

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.

La sonda può essere rimossa facilmente e rapidamente, senza l'uso di attrezzi. Rimuovere sempre la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa prima di cambiare le sonde o di svolgere la manutenzione sulle stesse.

Quando si riposizionano le sonde, inserirle nella torretta esatta. Le sonde non possono essere intercambiabili. Fare riferimento a *Installare le Sonde a pagina 13*.

1. Svitare il dado del tubo del campione e scollegare il tubo dalla sonda.
2. Svitare la ghiera di fermo in ottone che fissa la sonda al corpo della sorgente di ionizzazione.
3. Estrarre delicatamente la sonda dall'alto del corpo della sorgentedella .

Nota: Non lasciare che la punta della sonda tocchi alcun oggetto quando la si rimuove o la si conserva.

4. Riporre la sonda su una superficie pulita e stabile.

Pulire l'Elettrodo Tubolare

Procedure preliminari
• *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29* • *Rimuovere la Sonda a pagina 30*

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.

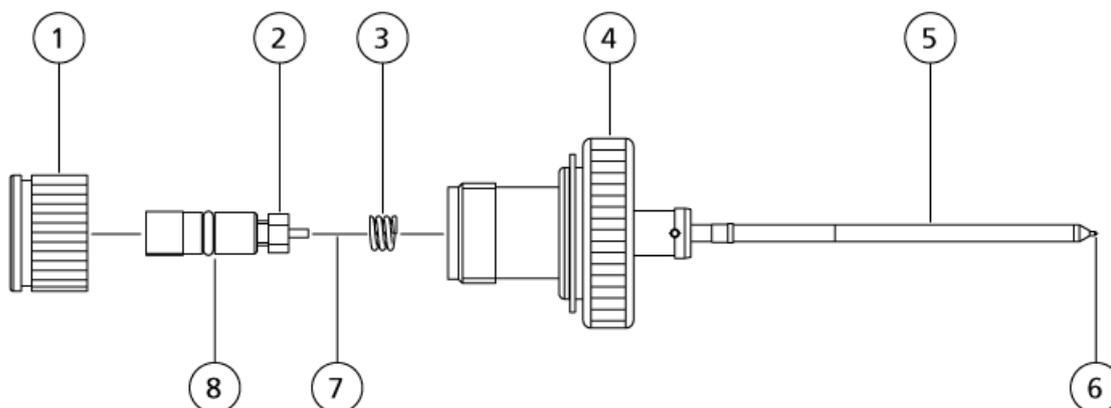
AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: fare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo tubolare è estremamente acuminata.

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell’interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

La sonda contiene un elettrodo tubolare. Pulire l'elettrodo tubolare regolarmente, o quando si nota un calo delle prestazioni.

Questa procedura è applicabile a entrambe le sonde. Seguire questa procedura per rimuovere e pulire l'elettrodo tubolare. Se non si riesce a pulire l'elettrodo tubolare, seguire questa procedura per sostituirlo.

1. Rimuovere il dado di regolazione dell'elettrodo.
2. Tenendo la sonda con la punta rivolta verso il basso in modo che la molla resti all'interno della sonda, estrarre dalla sonda la giunzione in PEEK e l’elettrodo tubolare collegato.

Figura 4-1 Sonda, Vista esplosa

Elemento	Descrizione
1	Dado regolazione elettrodo
2	Dado di regolazione da 1/4"
3	Molla
4	Ghiera di fermo in bronzo
5	Nebulizzatore tubolare
6	Punta dell’elettrodo
7	Elettrodo tubolare
8	Raccordo in PEEK

3. Usare la chiave aperta da 1/4" per rimuovere il dado di fissaggio che mantiene l'elettrodo tubolare nel raccordo in PEEK.
4. Rimuovere l'elettrodo tubolare dal dado di fissaggio.
5. Pulire l'elettrodo tubolare con una soluzione di acqua e metanolo (1:1): immergere il tubo in un bagno a ultrasuoni.

Montaggio dei componenti della Sonda

AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: fare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo tubolare è estremamente acuminata.

Dopo avere pulito l'elettrodo tubolare oppure dopo averlo sostituito con un ricambio nuovo, montare i componenti della sonda.

1. Assicurarsi che la molla sia ancora all'interno della sonda e poi serrare il dado di fissaggio dell'elettrodo.
2. Allineare l'elettrodo tubolare con l'apertura presente nel tubo del nebulizzatore e inserire nella sonda la giunzione in PEEK e l'elettrodo tubolare ad essa collegato. Fare attenzione a non piegare l'elettrodo tubolare.
3. Inserire la sonda nel corpo sorgente della torretta, evitando che la punta della sonda entri in contatto con qualsiasi componente del corpo della sorgente di ionizzazione.
4. Premere verso il basso la ghiera di fermo in ottone per agganciare la filettatura con la filettatura posta sul corpo della sorgente di ionizzazione e poi serrare la ghiera.
5. Inserire un pezzo di tubo rosso in PEEK lungo 30 cm nel dado del tubo di campionamento.
6. Inserire il dado del tubo del campione nell'attacco in cima alla sonda e quindi serrare il dado senza forzare eccessivamente.
7. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla *Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 12*.
8. Regolare l'estensione della punta dell'elettrodo. Fare riferimento a *Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo a pagina 32*.

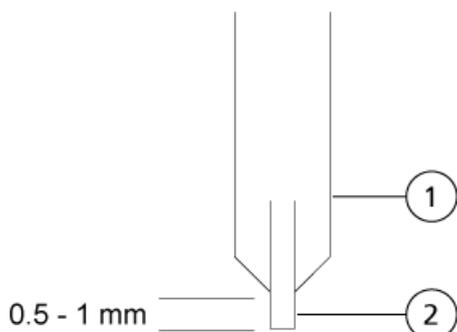
Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo

AVVERTENZA! Pericolo di contaminazione da radiazioni, rischio biologico o di esposizione ad agenti chimici tossici: assicurarsi che l'elettrodo protenda oltre l'estremità della sonda, in modo da evitare che i vapori pericolosi fuoriescano dalla sorgente. L'elettrodo non deve essere incassato all'interno della sonda.

AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: fare attenzione quando si maneggia l'elettrodo tubolare. La punta dell'elettrodo tubolare è estremamente acuminata.

Regolare l'Estensione della Punta dell'Elettrodo per prestazioni migliori. La configurazione ottimale varia secondo il composto. La distanza di estensione della punta dell'elettrodo influisce sulla forma del cono di nebulizzazione e la forma di tale cono influisce sulla sensibilità dello spettrometro di massa.

- Regolare il dado di regolazione dell'elettrodo (di colore nero) in cima alla sonda per estendere o ritirare la punta dell'elettrodo. La punta dell'elettrodo dovrebbe fuoriuscire per una lunghezza compresa tra 0,5 mm e 1,0 mm dall'estremità della sonda.

Figura 4-2 Regolazione dell'estensione della punta dell'elettrodo

Elemento	Descrizione
1	Sonda
2	Elettrodo

Sostituzione della punta dell’ago di scarica a corona

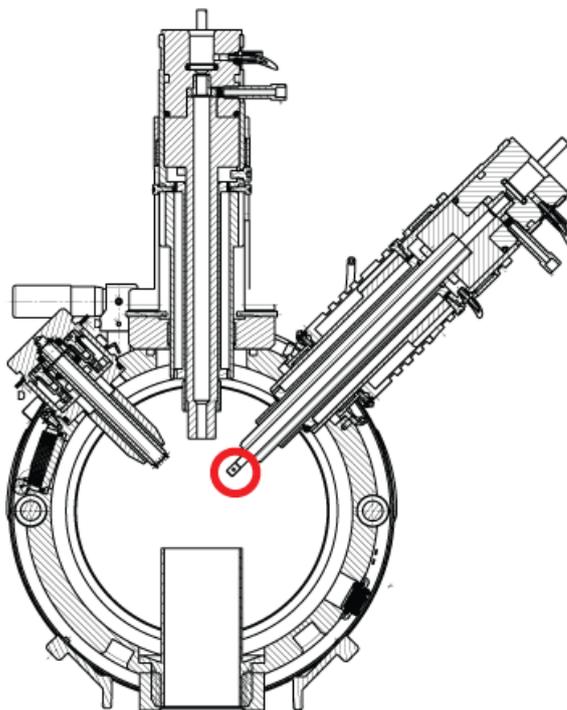
Sostituire la punta dell'ago di scarica a corona se corroso.

AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell’interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.

AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

1. Rimuovere la sorgente di ionizzazione dallo spettrometro di massa. Fare riferimento alla *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29*.
2. Girare la sorgente di ionizzazione in modo da trovarsi di fronte l'apertura.
3. Spingere in basso la manopolina di regolazione dell'ago di scarica a corona posizionata in cima alla torretta. L'ago di scarica a corona si estende.
4. Tenendo la punta dell'ago di scarica a corona tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso anti-orario per allentarla e rimuovere delicatamente la punta.

Figura 4-3 Punta dell'ago di scarica a corona sul retro della sorgente di ionizzazione

5. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
6. Installare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento alla *Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 12*.

Sostituire l'Ago di Scarica a Corona

Procedure preliminari
• *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29* • *Rimuovere la Sonda a pagina 30*

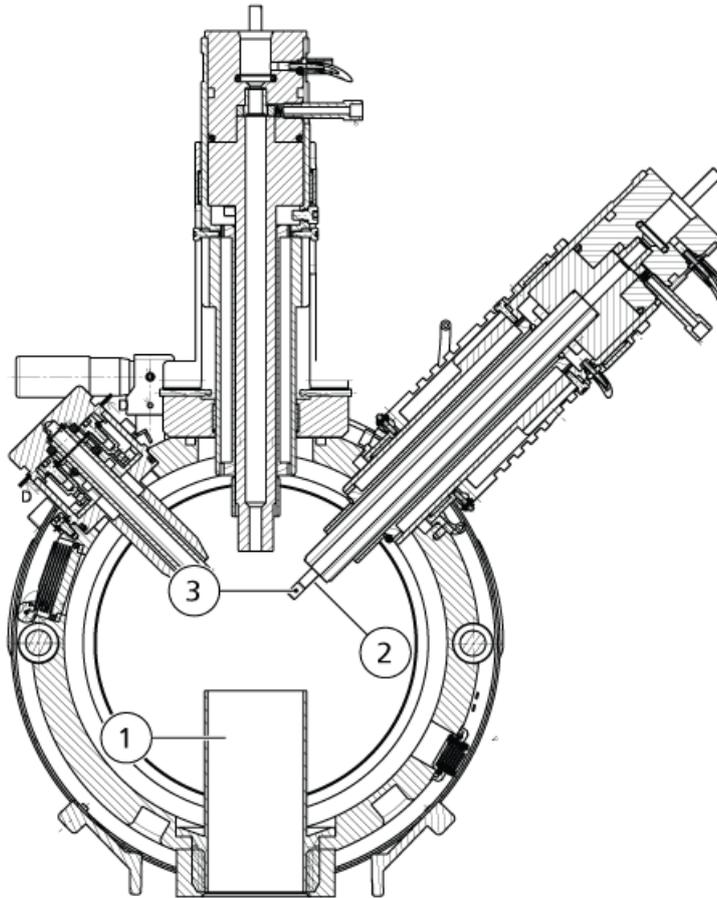
AVVERTENZA! Pericolo di Superfici calde: lasciar raffreddare la sorgente di ionizzazione per almeno 30 minuti prima di iniziare qualsiasi procedura di manutenzione. Le superfici della sorgente di ionizzazione e i componenti dell'interfaccia di vuoto raggiungono temperature considerevoli durante il funzionamento.

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: assicurarsi che la sorgente di ionizzazione sia completamente scollegata dallo spettrometro di massa prima di procedere.

AVVERTENZA! Pericolo di Perforazione: Maneggiare l'ago con cura. La punta dell'ago è estremamente acuminata.

La punta dell'ago di scarica a corona può essere soggetta a corrosione, fino al punto che dovrà essere tagliata dall'ago. Se questo accade, sostituire l'intero ago di scarica a corona.

1. Girare la sorgente di ionizzazione in modo da avere accesso all'apertura.

Figura 4-4 Ago di scarica a corona

Elemento	Descrizione
1	Camino di scarico
2	Cannula in ceramica
3	Punta dell'ago di scarica corona

2. Tirare delicatamente l'ago di scarico a corona attraverso il camino di scarico per rimuoverlo.
3. Inserire il nuovo ago attraverso il camino di scarico nella cannula in ceramica fino in fondo.
4. Mentre si tiene una nuova punta tra pollice e indice di una mano e l'ago di scarica a corona con l'altra mano, ruotare la punta dell'ago di scarica a corona in verso orario per installare la punta.
5. Inserire la sonda e poi montare la sorgente di ionizzazione sullo spettrometro di massa. Fare riferimento a *Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 12*.

Sostituire il Tubo di Campionamento

AVVERTENZA! Pericolo di Scosse Elettriche: evitare il contatto con le alte tensioni presenti sulla sorgente di ionizzazione durante il funzionamento. Porre il sistema in modalità Standby prima di regolare il tubo del campionatore o altre attrezzature vicino alla sorgente di ionizzazione.

Utilizzare la seguente procedura per sostituire il tubo di campionamento se è ostruito.

1. Arrestare il flusso del campione e assicurarsi che tutto il gas rimanente sia stato rimosso attraverso il sistema di scarico della sorgente. Fare riferimento alla *Rimuovere la Sorgente di ionizzazione a pagina 29*.
2. Scollegare il tubo del campione dalla sonda e dal raccordo.
3. Sostituire il tubo del campione con uno della stessa lunghezza.
4. Installare la sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla *Installazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 12*.
5. Avviare il flusso del campione.

Suggerimenti per la risoluzione dei problemi 5

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
Il software Analyst® TF riporta che lo spettrometro di massa è in stato di Fault (guasto).	Non è presente alcuna sonda.	Installare la sonda. Fare riferimento alla *Installare le Sonde a pagina 13*.
	La sonda non è collegata correttamente.	Rimuovere e sostituire la sonda Serrare la ghiera di fermo in bronzo che stringe la sonda. Fare riferimento a *Rimuovere la Sonda a pagina 30* e *Installare le Sonde a pagina 13*.
Il riscaldatore non funziona.	Il fusibile F3 è bruciato.	Contattare un Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE).
La nebulizzazione non è uniforme.	L'elettrodo è bloccato.	Pulire o sostituire l'elettrodo. Fare riferimento alla *Pulire l'Elettrodo Tubolare a pagina 30*.
La sensibilità è scarsa.	I componenti dell'interfaccia (parte frontale) sono sporchi.	Pulire le componenti dell'interfaccia e riposizionare la sorgente di ionizzazione.
	Vapori di solvente o altri composti ignoti sono presenti nella regione dell'analizzatore.	Ottimizzare il flusso del Curtain Gas™. Fare riferimento alla *Ottimizzazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 17*.
Durante il test, la sorgente di ionizzazione non soddisfa le specifiche.	Lo spettrometro di massa non ha superato i test di installazione.	Eseguire i test di installazione sullo spettrometro di massa con la sorgente predefinita.
	La soluzione di test non è stata preparata correttamente.	• Verificare che le soluzioni di test siano state preparate correttamente. • Se il problema non può essere risolto, contattare il Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE).

Problema	**Probabile causa**	**Azioni da intraprendere**
Il rumore di fondo è alto	Temperature (TEM) è troppo alta.	Ottimizzare la temperatura.
	La velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) è troppo alta.	Ottimizzare il flusso del gas ausiliario.
	La sorgente di ionizzazione è contaminata.	• Pulire o sostituire i componenti della sorgente di ionizzazione. Fare riferimento alla *Manutenzione della Sorgente di ionizzazione a pagina 27*. • Mettere a punto la sorgente e la parte frontale: a. Spostare le sonde nella posizione più lontana dalla fenditura (verticalmente e orizzontalmente). b. Assicurarsi che il riscaldatore dell'interfaccia sia su On. c. Infondere o iniettare una soluzione metanolo/acqua 1:1 con una portata di 1 mL/min. d. Nel software Analyst TF, impostare **TEM** a 650, **GS1** a **60** e **GS2** a **60**. e. Impostare il flusso del **Curtain Gas** a **45** o **50**. f. Far girare per un minimo di 2 ore, o ancora meglio per tutta la notte, per ottenere i risultati migliori.
Le prestazioni della sorgente di ionizzazione sono peggiorate.	La sonda non è ottimizzata.	Fare riferimento a *Ottimizzazione della sonda APCI a pagina 22* e *TurboIonSpray® Ottimizzazione della sonda a pagina 18*.
	Il campione non era preparato a dovere o era degradato.	Verificare che il campione sia stato preparato correttamente.

Problema	Probabile causa	Azioni da intraprendere
	Perdite negli attacchi di entrata del campione.	• Verificare che gli attacchi siano stretti e sostituire gli attacchi se sussistono ancora delle perdite. Non stringere eccessivamente gli attacchi. • Installare e ottimizzare una sorgente di ionizzazione alternativa. Se il problema persiste contattare un Responsabile dell'Assistenza Tecnica (FSE).
Scariche ad arco o scintille.	La posizione dell'ago di scarica a corona non è corretta.	Girare l'ago di scarica corona verso la piastra Curtain e lontana dal flusso di gas ausiliario. Fare riferimento alla *Regolare la Posizione dell'Ago di Scarica Corona a pagina 24*.

Principi di funzionamento-Sorgente di ionizzazione

Modalità TurboIonSpray®

La sonda TurboIonSpray usa per immettere azoto ultra puro (UHP) caldo e secco.Il riscaldatore è disposto a un’angolazione di 45 gradi rispetto alla sonda, sul lato destro, visto dalla parte frontale della sorgente di ionizzazione. La combinazione tra l'effluente IonSpray™ e il gas secco, portato a temperatura dai turbo riscaldatori, è proiettata con un angolo di 90 gradi verso la fenditura della piastra Curtain.

Solo i composti che si ionizzano nel solvente liquido possono essere generati come ioni in fase gassosa nella sorgente. L'efficienza e la velocità di generazione degli ioni dipende dalle energie di solvatazione degli ioni in questione. Gli ioni con energie di solvatazione inferiori hanno più probabilità di evaporare rispetto agli ioni con energie di solvatazione superiori.

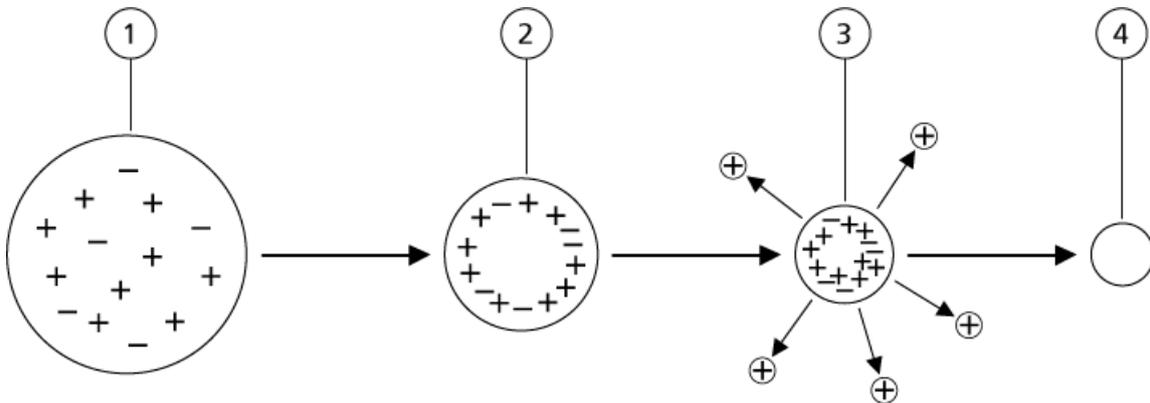
L’interazione tra la IonSpray e aiuta a concentrare il getto e aumenta il tasso di evaporazione delle goccioline, incrementando di conseguenza il segnale degli ioni. Il gas riscaldato aumenta l'efficienza dell'evaporazione degli ioni, con conseguente maggiore sensibilità e capacità di gestire velocità di flusso più elevate di campione liquido.

Un flusso ad alta velocità di gas di nebulizzazione fa staccare delle goccioline dal flusso del campione liquido nell'ingresso della IonSpray. Utilizzando l'alta tensione variabile applicata al nebulizzatore, la sorgente di ionizzazione applica una carica netta a ogni gocciolina. Questa carica favorisce la dispersione delle goccioline. L'alta tensione tende ad estrarre di preferenza gli ioni unipolari nelle goccioline appena queste sono separate dal getto del liquido. Tuttavia questa separazione è incompleta e ciascuna gocciolina contiene molti ioni di entrambe le polarità. Gli ioni di una polarità definita sono predominanti in ciascuna gocciolina, e la differenza tra il numero di ioni caricati positivamente o negativamente rappresenta la carica netta. Solo gli ioni in eccesso della polarità predominante sono disponibili per l'evaporazione di ionizzazione, e solo una frazione di questi riesce effettivamente ad evaporare.

La polarità e la concentrazione degli ioni in eccesso dipende dall'intensità e dalla polarità del potenziale ad alta tensione applicato alla punta del nebulizzatore. Ad esempio, quando un campione contiene arginina in una soluzione di acqua e acetonitrile e si applica un potenziale positivo al nebulizzatore, gli ioni positivi in eccesso saranno H+ e MH+ arginina.

La sonda può generare ioni multicarica a partire da composti che hanno molti siti protonabili, come peptidi e oligonucleotidi. Questo è di grande utilità quando si osservano specie ad alto peso molecolare, dove le cariche multiple producono ioni con un rapporto massa/ carica (m/z) nell'intervallo di massa dello spettrometro. Questo permette la determinazione ordinaria del peso molecolare dei composti nell'ordine del kiloDalton (kDa)

Come illustrato in *Figura A-1*, ogni gocciolina carica contiene solvente e ioni negativi e positivi, ma con il predominio di una delle due polarità. Dato che si tratta di un mezzo di conduzione, le cariche in eccesso risiedono sulla superficie della gocciolina. Quando il solvente evapora il campo elettrico alla superficie della gocciolina aumenta, dato che il raggio della gocciolina diminuisce.

Figura A-1 Evaporazione ioni

Elemento	Descrizione
1	Le goccioline contengono ioni di ambo le polarità con una polarità predominante.
2	Quando il solvente evapora, il campo elettrico aumenta e gli ioni si muovono verso la superficie.
3	Una volta raggiunto un determinato valore critico del campo, gli ioni sono emessi dalle goccioline.
4	I residui non volatili restano come particella secca.

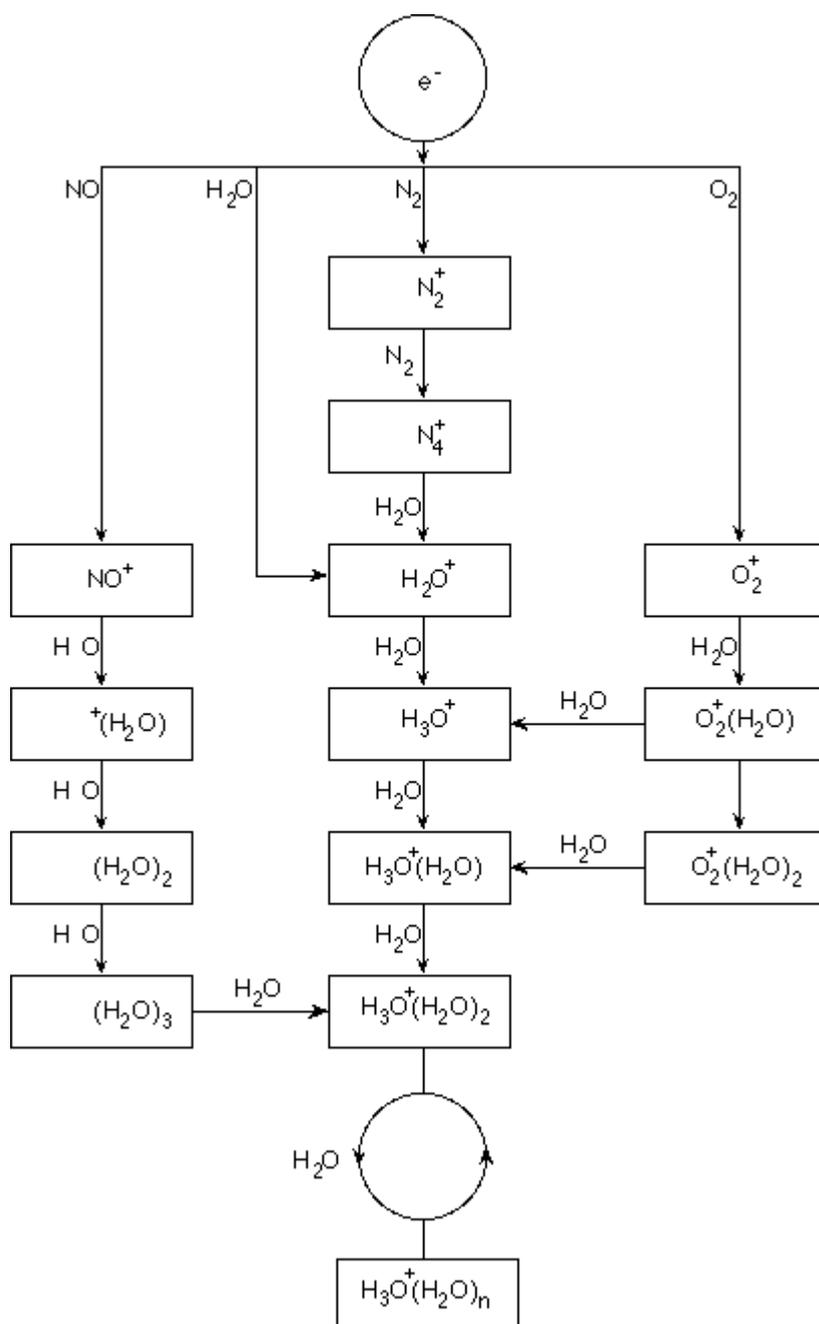
Se la gocciolina contiene ioni in eccesso e una quantità di solvente sufficiente evapora dalla gocciolina, si raggiunge un campo critico dove gli ioni sono emessi dalla superficie. Al termine del processo tutto il solvente sarà evaporato dalla gocciolina, lasciando una particella secca costituita dai componenti volatili della soluzione campione.

Dato che le energie di solvatazione di buona parte delle molecole organiche sono sconosciute, le sensibilità di ogni dato ione organico all'evaporazione di ionizzazione sono difficili da prevedere. L'importanza dell'energia di solvatazione è evidente, in quanto i surfactanti che si concentrano sulla superficie di un liquido possono essere rilevati in modo molto sensibile.

Modalità APCI

I motivi delle incompatibilità riscontrate in passato nel collegare la cromatografia liquida con la spettrometria di massa sussistevano nella difficoltà nel convertire molecole relativamente non volatili in un gas molecolare senza indurre una decomposizione eccessiva. La sonda APCI nebulizza delicatamente il campione in piccole goccioline finemente disperse in un tubo di ceramica riscaldato, permettendo una rapida vaporizzazione del campione in modo che le molecole del campione stesso non siano decomposte.

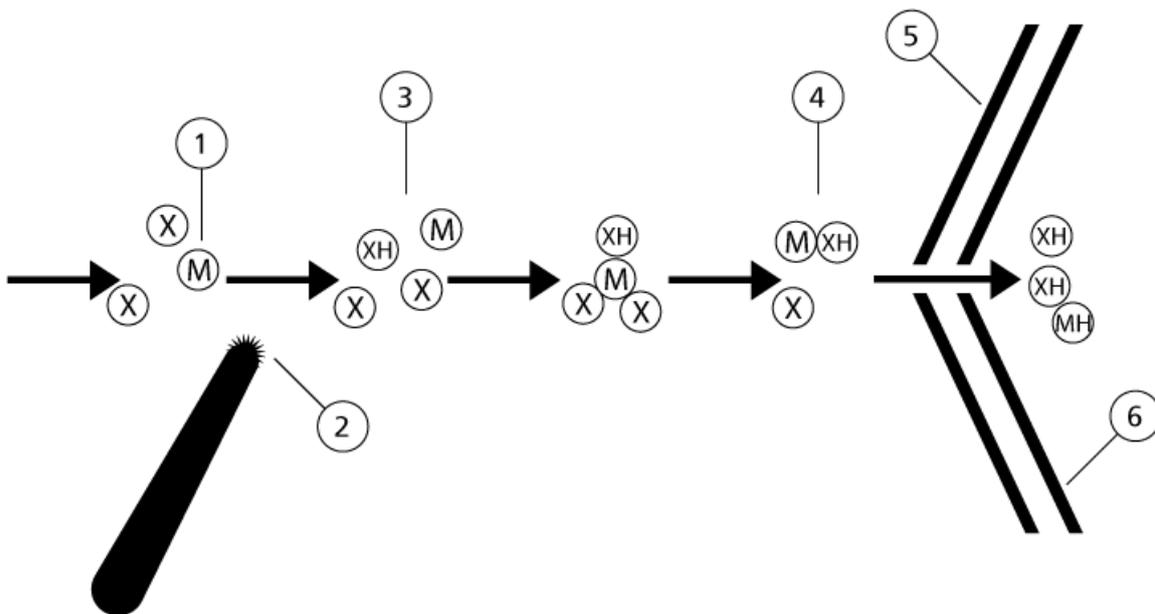
La *Figura A-2* mostra il flusso di reazione del processo di ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI) per gli ioni reagenti positivi (i protoni idrati, $H_3O^+[H_2O]_n$).

Figura A-2 Diagramma di flusso reazione APCI

Gli ioni primari principali $N_2{}^+$, $O_2{}^+$, H_2O^+ e NO^+ sono formati dall'impatto degli elettroni originati dall'effetto corona sulle componenti neutre principali dell'aria. Anche se il NO^+ non è di norma uno dei maggiori costituenti dell'aria pulita, la concentrazione di questa specie nella sorgente è aumentata a causa delle reazioni neutre iniziate dalla scarica a corona.

I campioni introdotti attraverso la sonda APCI vengono nebulizzati, con l'aiuto di un gas nebulizzatore, nel tubo in ceramica riscaldato. All'interno del tubo le goccioline finemente disperse di campione e di solvente

subiscono una vaporizzazione rapida con la decomposizione termica ridotta al minimo. La vaporizzazione delicata preserva l'identità molecolare del campione.

Le molecole di campione gassoso e di solvente passano nel corpo della sorgente di ionizzazione, all'interno della quale la ionizzazione tramite APCI è indotta da un ago di scarica a corona collegato all'estremità del tubo in ceramica. Le molecole del campione sono ionizzate dalla collisione con gli ioni reagenti creati dalla ionizzazione delle molecole di solvente della fase mobile. Come illustrato in *Figura A-3*, le molecole di solvente vaporizzate sono ionizzate per produrre gli ioni reagenti [X+H]+ in modalità positiva [X-H]– in modalità negativa. Sono questi ioni reagenti che producono ioni campione stabili quando collidono con le molecole del campione.

Figura A-3 Ionizzazione chimica a pressione atmosferica

Elemento	Descrizione
1	Sample (Campione)
2	Gli ioni primari sono creati in prossimità dell'ago di scarico a corona
3	La ionizzazione produce in prevalenza ioni solvente
4	Gli ioni reagenti reagiscono con le molecole del campione formando dei cluster
5	Piastra Curtain
6	Interfaccia
x = molecole solvente; M = molecole campione	

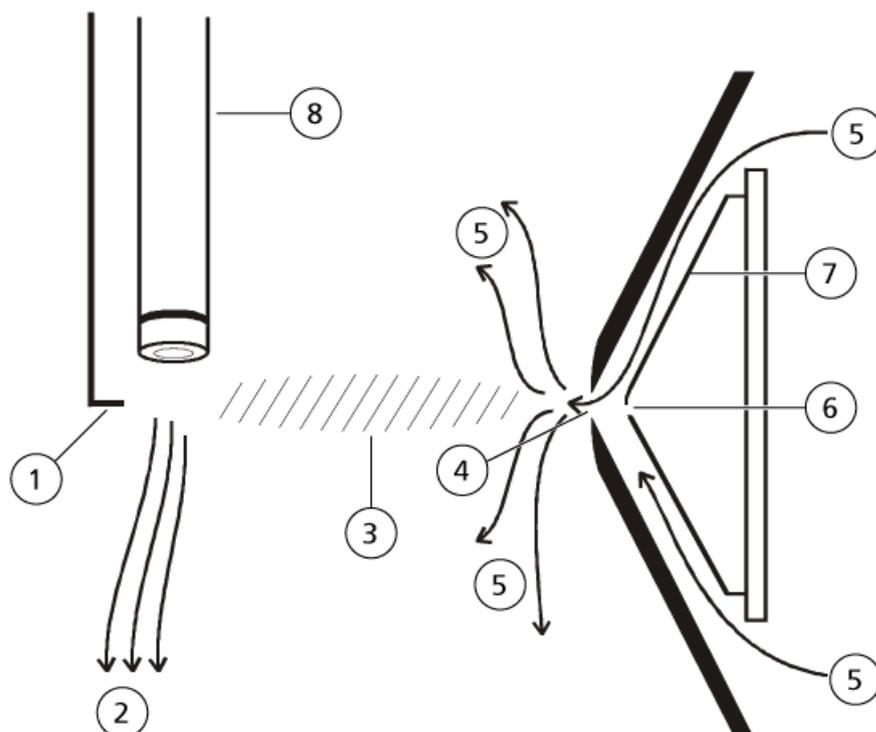
Le molecole del campione sono ionizzate attraverso un processo di trasferimento di protoni in modalità positiva e da una trasferimento di elettroni o protoni in modalità negativa. L'energia per il processo di formazione degli ioni di APCI è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda API.

Per applicazioni in fase inversa, gli ioni reagenti sono costituiti da molecole di solvente protonate in modalità positiva e ioni di ossigeno solvatati in modalità negativa. In condizioni termodinamiche favorevoli, l'aggiunta di modificatori cambia la composizione dello ione reagente. Ad esempio l'aggiunta di modificatori o tamponi acetato può rendere lo ione acetato $[CH_3COO]^-$ il reagente primario in modalità negativa. I modificatori di ammonio possono rendere l'ammoniaca protonata$[NH_4]^+$ il reagente primario in modalità positiva.

Attraverso le collisioni, viene mantenuto un equilibrio nella distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). La probabilità di una frammentazione prematura degli ioni del campione nella sorgente di ionizzazione viene ridotta dall'influenza moderatrice dei cluster di solvente sugli ioni reagenti e dalla pressione del gas relativamente elevata nella sorgente. Di conseguenza il processo di ionizzazione genera principalmente ioni prodotto molecolari per l'analisi delle masse nello spettrometro di massa.

Regione di Ionizzazione APCI

La *Figura A-4* mostra la posizione generale del reattore ione-molecola della sonda APCI. Le linee oblique indicano un reattore senza pareti. Una corrente ionica spontanea nell'ordine dei microampere è generata da una scarica a effetto corona, come conseguenza del campo elettrico tra l'ago di scarica e la piastra Curtain. Ioni primari, ad esempio, Gli ioni $N_2^{\ +}$ e $O_2^{\ +}$sono creati dalla perdita di elettroni che avviene nel plasma nelle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica. L'energia di questi elettroni è limitata da un certo numero di collisioni con molecole gassose, prima di raggiungere un'energia in cui la loro sezione d'urto effettiva gli consente di ionizzare le molecole neutre in modo efficiente.

Figura A-4 Regione di Ionizzazione APCI

Elemento	Descrizione
1	Punta dell'ago di scarica
2	Flusso del campione
3	Reattore senza pareti
4	Fenditura della piastra Curtain
5	Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)
6	Orifizio
7	Separatore di vuoto
8	Tubo in ceramica

Gli ioni primari, a loro volta, generano ioni intermedi che portano alla formazione di ioni campione. Gli ioni della polarità prescelta sono deviati sotto l'influenza del campo elettrico in direzione della piastra Curtain e poi nell'analizzatore di massa attraverso la cortina di gas. L'intero processo di formazione degli ioni è dominato dalla collisione a causa della pressione atmosferica relativamente elevata della sonda APCI. Ad eccezione delle immediate vicinanze della punta dell'ago di scarica, dove la forza del campo elettrico è più grande, l'energia impartita a uno ione dal campo elettrico è irrilevante in confronto all'energia termica dello ione.

Attraverso le collisioni, viene mantenuta una eguale distribuzione di determinati ioni (ad esempio, cluster di ioni d'acqua protonati). Tutta l'energia in eccesso che uno ione può acquistare nel processo di reazione ione-molecola è termalizzata. Molti degli ioni prodotti sono fissati attraverso la stabilizzazione collisionale, anche se avvengono molte altre collisioni in seguito. La formazione sia degli ioni prodotto, sia degli ioni reagenti è governata da condizioni di equilibrio a una pressione di esercizio (atmosferica) di 760 torr.

La sonda APCI funziona come un reattore senza pareti, dato che gli ioni che passano dalla sorgente alla camera da vuoto ed infine nel rivelatore non vanno mai incontro a collisioni con una parete, ma solo a collisioni con altre molecole. Gli ioni si formano anche fuori dalla sorgente APCI designata, ma non sono rilevati e sono infine neutralizzati dall'interazione con una parete.

La temperatura della sonda è un fattore importante per il funzionamento della sonda APCI. Per mantenere l'identità molecolare la temperatura deve essere abbastanza alta da garantire un'evaporazione rapida. Ad una temperatura di funzionamento sufficientemente elevata, le goccioline sono vaporizzate rapidamente in modo che le molecole organiche siano desorbite dalle goccioline con una degradazione termica ridotta al minimo. Tuttavia, qualora la temperatura fosse troppo bassa, il processo di evaporazione è più lento e la pirolisi, o decomposizione, può verificarsi prima che la vaporizzazione sia completa. Il funzionamento della sonda APCI a temperature superiori alla temperatura ottimale può provocare la decomposizione termica del campione.

Parametri e Voltaggi della Sorgente

B

A seconda della sorgente di ionizzazione installata sullo spettrometro di massa, sono disponibili per l'ottimizzazione diversi parametri dipendenti dalla sorgente.

Parametri della sonda TurboIonSpray®

La tabella che segue mostra le condizioni operative raccomandate per la sonda TurboIonSpray a tre velocità di flusso differenti. A qualsiasi velocità di flusso, il flusso del Curtain Gas™ dovrebbe essere sempre impostato sul valore massimo possibile. La composizione del solvente usato per l'ottimizzazione era acqua/acetonitrile 50:50. Queste condizioni rappresentano un punto a partire dal quale si può ottimizzare la sonda. Attraverso un processo iterativo, si possono ottimizzare i parametri usando l'analisi mediante iniezione in flusso per raggiungere il segnale o il rapporto segnale-rumore migliore per il composto in questione.

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda TurboIonSpray

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	da 5 µl/min a 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	Da 5 µL/min a 3000 µL/min
Corrente di nebulizzazione	Positiva: 2 Negativa: –2	Positiva: 2 Negativa: –2	Positiva: 2 Negativa: –2	Positiva: da 1 a 8 Negativa: da –1 a 8
Gas 1 (nebulizergas) (GAS 1 (gas di nebulizzazione))	da 20 psi a 40 psi	da 40 psi a 60 psi	da 40 psi a 60 psi	da 0 psi a 90 psi
Gas 2 (heatergas) (Gas 2 (gas riscaldatore))	0 psi	50 psi	50 psi	da 0 psi a 90 psi
Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)	20 psi	30 psi	35 psi	da 20 psi a 50 psi
Temperature* (Temperatura)	da 0ºC a 200ºC	da 425ºC a 650ºC	da 550ºC a 750ºC	fino a 750ºC
Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering) **	Positiva: 70 V Negativa: –70 V	Positiva: 70 V Negativa: –70 V	Positiva: 70 V Negativa: –70 V	Positiva: da 0 V a 400 V Negativa: da –400 V a 0 V

Tabella B-1 Ottimizzazione dei parametri per la sonda TurboIonSpray (continua)

Parametri	Valori tipici			Gamma di esercizio
Sonda impostazione micrometro orizzontale	da 5 a 8	da 5 a 8	da 5 a 8	da 0 a 10
* I valori di temperatura ottimali dipendono dal composto e dalla composizione della fase mobile (un contenuto acquoso più elevato richiede una temperatura più alta). Zero (0) indica che non è applicata alcuna temperatura. ** I valori DP dipendono dal composto.				

Parametri Sonda APCI

Tabella B-2 Ottimizzazione dei Parametri per la Sonda APCI

Parametro	Valore tipico	Gamma di esercizio
Velocità di flusso LC	1000 µl/min	da 200 µl/min a 2000 µl/min
Gas 2(gas di nebulizzazione)	30	da 0 a 90
Curtain Gas™ supply (Erogazione Curtain Gas™)	25	da 20 a 50
Temperature* (Temperatura)	400ºC	da 100ºC a 750ºC
IonSpray™ Voltage Floating (Oscillazione Tensione IonSpray)	Positiva: 5500 Negativa: –4500	Positiva: da 0 a 5500 Negativa: da –4500 a 0
Declustering Potential (DP) (Potenziale di declustering)	Positiva: 60 V Negativa: –60 V	Positiva: da 0 V a 300 V Negativa: da –300 V a 0 V
Sonda impostazione micrometro verticale		Scala da 0 mm a 13 mm
* Il valore della temperatura dipende dal composto.		

Descrizione Parametri

Tabella B-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente

Parametro	Descrizione
Gas 1 sorgente di ionizzazione (GS1)	Controlla il gas di nebulizzazione per la sonda TurboIonSpray® . Fare riferimento a *Principi di funzionamento-Sorgente di ionizzazione a pagina 41*.
Gas 2 sorgente di ionizzazione (GS2)	sonda TurboIonSpray: controlla il gas ausiliario. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC ad un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Per ottimizzare il GS2 incrementare il flusso, in modo da ottenere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. Se si nota un aumento significativo del rumore di fondo, ridurre il valore. Un flusso troppo elevato di gas può generare rumore o instabilità del segnale. Sonda APCI: Controlla il gas di nebulizzazione. Fare riferimento alla *Principi di funzionamento-Sorgente di ionizzazione a pagina 41*.
Curtain Gas (CUR)	Controlla il flusso di gas nell'interfaccia del Curtain Gas™ interfaccia. L'interfaccia del Curtain Gas è posizionata tra il separatore di interfaccia e l'orifizio. Impedisce all'aria presente nell'ambiente e alle goccioline di solvente di entrare e contaminare le ottiche ioniche, permettendo allo stesso tempo il convogliamento degli ioni campione nella camera da vuoto tramite i campi elettrici generati tra l'interfaccia di vuoto e l'ago del nebulizzatore. La contaminazione delle ottiche ioniche di ingresso riduce quindi la trasmissione al Q0, la stabilità e la sensibilità, e aumenta inoltre il rumore di fondo. Mantenere il flusso del Curtain Gas più alto possibile senza perdere la sensibilità.
Temperature (TEM) (Temperatura (TEM))	Controlla il calore applicato al campione per vaporizzarlo. La temperatura ottimale è la temperatura più bassa alla quale il campione è completamente vaporizzato. La temperatura è applicabile contemporaneamente a entrambe le sonde. Ottimizzare a incrementi di 50 °C.

Tabella B-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
Temperatura (TEM) - sonda TurboIonSpray	Controlla la temperatura del gas ausiliario nella sonda TurboIonSpray. La sensibilità migliore si ottiene quando la combinazione di temperatura (TEM) e velocità di flusso del gas ausiliario (GS2) porta il solvente LC a raggiungere un punto in cui è quasi completamente vaporizzato. Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 300 °C. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 1000 µL/min richiedono una temperatura massima della sonda di 750 °C. Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione. Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, i solventi possono essere vaporizzati prematuramente alla punta della sonda TurboIonSpray, specialmente se la sonda è posizionata troppo in basso (da 5 mm a 13 mm).
Temperatura (TEM) - sonda APCI	Controlla la temperatura nella sonda APCI. Quando il contenuto organico del solvente aumenta, la temperatura ottimale della sonda diminuisce. Con solventi costituiti da 100% metanolo o acetonitrile, le prestazioni della sonda possono essere ottimizzate a temperature non inferiori ai 400 °C a velocità di flusso di 1000 µL/min. I solventi acquosi costituiti da 100% acqua a un flusso di circa 2000 µl/min richiedono una temperatura minima della sonda di 700 °C. Se la temperatura è impostata a valori troppo bassi, la vaporizzazione resta incompleta e grandi e visibili goccioline sono espulse nel corpo della sorgente di ionizzazione. Se la temperatura è impostata su valori troppo alti, avviene la degradazione termica del campione.

Tabella B-3 Parametri Dipendenti dalla Sorgente (continua)

Parametro	Descrizione
IonSpray Voltage Floating (ISVF)	La tensione IonSpray™ viene usata sia per la sonda TurboIonSpray che per la sonda APCI. È applicabile contemporaneamente ad entrambe le sonde. Sonda TurboIonSpray: controlla la tensione applicata al nebulizzatore, che ionizza il campione nella sorgente di ionizzazione. Dipende dalla polarità e influenza la stabilità del getto e la sensibilità. Sonda APCI: controlla la corrente applicata all'ago di scarica a corona. La scarica ionizza le molecole di solvente, che a loro volta ionizzano le molecole del campione. La corrente si ottimizza solitamente su un intervallo ampio. Per l'ottimizzazione in modalità positiva, iniziare con un valore di 5500 V e aumentarlo a incrementi di 500 V fino a raggiungere il miglior segnale o rapporto segnale-rumore. In modalità negativa, iniziare con un valore di –4500 V e aumentarlo a incrementi di 500 V.
Riscaldatore interfaccia (ihe)	Questo parametro è sempre impostato su On per i sistemi TripleTOF® . Il parametro ihe consente di attivare o disattivare il funzionamento del riscaldatore di interfaccia. Riscaldare l'interfaccia permette di massimizzare il segnale degli ioni e impedisce la contaminazione delle ottiche ioniche. A meno che il composto che si desidera analizzare sia estremamente fragile, è consigliabile riscaldare l'interfaccia.

Posizione della Sonda

La posizione della sonda può influenzare la sensibilità dell'analisi. Fare riferimento alla *Ottimizzazione della Sorgente di ionizzazione a pagina 17* per ulteriori informazioni su come ottimizzare la posizione della sonda.

Composizione dei solventi

La concentrazione standard del formiato d'ammonio o dell'acetato d'ammonio va da 2 mmol/L a 10 mmol/L per gli ioni positivi e da 2 mmol/L a 50 mmol/L per gli ioni negativi. La concentrazione degli acidi organici è compresa tra 0,1% e 0,5% in volume per la sonda TurboIonSpray® e tra 0,1% e 2,0% in volume per la sonda APCI.

I solventi comunemente impiegati sono:

- Acetonitrile
- Metanolo
- Propanolo
- Acqua

I modificatori comunemente impiegati sono:

- Acido acetico

- Acido formico
- Formiato d'ammonio
- Acetato d'ammonio

I seguenti modificatori non sono di norma impiegati, in quanto complicano lo spettro con le loro miscele ioniche e le combinazioni in cluster. Possono anche sopprimere la forza del segnale ionico del composto bersaglio:

- Trietilammina (TEA)
- Fosfato di sodio
- Acido trifluoroacetico (TFA)
- Dodecilsolfato di sodio (SLS)

Elenco Materiali di Consumo e Parti di Ricambio

C

Le tabelle seguenti elencano i componenti inclusi nel kit materiali di consumo (codice 1005603) nonché le parti di ricambio per la sorgente di ionizzazione DuoSpray™ .

Tabella C-1 Parti ordinabili

Codice	Descrizione	Quantità
016316	Tubazione PEEK, rosso, d.e. 1/16 poll. × 0,005 alesaggio	100 cm
016325	Fissaggio PEEK, marrone, 10-32 × 1/16"	5
025388	Elettrodo, nebulizzatore	1
025392	Elettrodo, TurboIonSpray	1
027471	Fissaggio Graph-tite in PEEK, 1/16"	2
1005601	Kit tubazione in PEEK per il collegamento alla sonda TurboIonSpray® , 30 cm	1
1005602	Kit tubazione in PEEK per il collegamento alla sonda APCI, 45 cm	1
025348	Raccordo in PEEK nella sonda	1
026626	Molla per la sonda	1

Tabella C-2 Ricambi

Codice	Descrizione	Quantità
1006177	Punta dell'ago di scarica a corona APCI	1
1006174	Asta dell'ago di scarica a corona APCI	1
027497	Molla placcata in oro per collegamento HV	1
027013	Molla per l'ago di scarica a corona	1

Cronologia delle revisioni

Revisione	Descrizione della modifica	Data
A	Prima versione del documento.	Giugno 2014

Indice